

[MENU](#)[SEARCH](#)[INDEX](#)[DETAIL](#)

1/1



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number: 05287187

(43)Date of publication of application: 02.11.1993

(51)Int.Cl.

C08L 71/02  
C08K 3/26  
C08K 5/09  
C08K 5/12  
C08K 5/15  
C08K 5/57

(21)Application number: 04114318

(22)Date of filing: 08.04.1992

(71)Applicant:

(72)Inventor:

KANEGAFUCHI CHEM IND CO LTD

IWAKIRI HIROSHI  
FUJITA MASAYUKI  
HASEGAWA TAKASHI

(54) CURABLE COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the subject composition providing cured products with good memory effect which comprises a reactive silicon group-containing polyoxyalkylene polymer having a specific mol.wt. distribution,  $\text{CaCO}_3$ , a phthalate plasticizer, a tin (II) series curing catalyst and epoxy compound.

CONSTITUTION: The objective one pack type curable composition providing cured products excellent in memory effect comprises (A) 100 pts.wt. of a reactive silicon group-containing polyoxyalkylene polymer having a mol.wt. distribution ( $M_w/M_n$ ) of  $\leq 1.5$  and a number-average mol.wt. of  $\geq 10000$ , (B) calcium carbonate having an average particle diameter of  $\geq 1\mu$ , (C) calcium carbonate having an average particle diameter of  $\leq 0.2\mu$ , the total amount of the components (B) and (C) being 100-200 pts.wt., (D) 40-80 pts.wt. of a phthalate ester plasticizer, (E) 0.5-7 pts.wt. of a tin (II) series curing catalyst, and (F) 2-40 pts.wt. of an group-containing compound, the component B being 10-70wt.% in the total amount of the component B and the component C, and the component A occupying 13-35wt.% in the whole composition.

LEGAL STATUS

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-287187

(43)公開日 平成5年(1993)11月2日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 71/02	L Q D	9167-4 J		
C 0 8 K 3/26		7242-4 J		
5/09		7242-4 J		
5/12		7242-4 J		
5/15		7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 8 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平4-114318	(71)出願人	000000941 鐘淵化学工業株式会社 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
(22)出願日	平成4年(1992)4月8日	(72)発明者	岩切 浩 兵庫県高砂市高砂町沖浜町4番2棟12号
		(72)発明者	藤田 雅幸 兵庫県高砂市高砂町沖浜町2番63号 光雲寮
		(72)発明者	長谷川 敬 兵庫県加古川市西神吉町大国642番地の2
		(74)代理人	弁理士 萩野 平 (外3名)

(54)【発明の名称】 硬化性組成物

(57)【要約】

【目的】 反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を主成分とし、特に復元性に優れた硬化物を生成する、1成分型硬化性組成物を提供すること。

【構成】 分子量分布 ( $M_w/M_n$ ) が1.5以下で、分子量が10,000以上の反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を100重量部含む1成分型硬化性組成物中に、平均粒径1  $\mu$ m以上の炭酸カルシウム及び平均粒径0.2  $\mu$ m以下の炭酸カルシウムを合計量100~200重量部含有し、両者の合計量中平均粒径1  $\mu$ m以上の炭酸カルシウム成分が10~70重量%占める。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体であって ( $M_n/M_w$ ) が1.5以下で数平均分子量が10,000以上である重合体100重量部、(B) 平均粒径1  $\mu$ m以上の炭酸カルシウム及び(C) 平均粒径0.2  $\mu$ m以下の炭酸カルシウムの合計量100~200重量部、(D) フタル酸エステル系可塑剤40~80重量部、(E) II価の錫系硬化触媒0.5~7重量部及び(F) エポキシ基含有化合物2~40重量部を含有し、上記(B)成分と(C)成分の合計量中(B)成分が10~70重量%、(A)成分が全組成物中15~35重量%を占めることを特徴とする硬化性組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

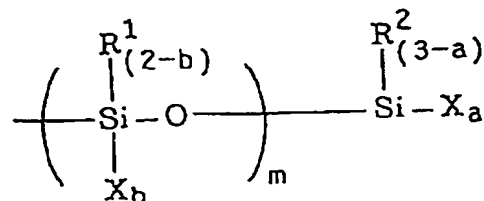
【産業上の利用分野】 本発明は反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を含む室温硬化性組成物に関する。特に本発明は優れた復元性を示す硬化物を提供する室温硬化性組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 大気中常温で、湿気に曝露するとゴム状物質へと硬化し得る反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を含む硬化性組成物は、低粘度でかつチキソトロピックな液状組成物で取扱い易い上、保存安定性がよく、硬化時硬化速度が速くまたガス等が発生せず、硬化物は適度の粘弾性的強度を有し、被接着体に対する接着性を有するので、接着剤や特に建物や輸送機器等の接合部のシーリング材として広く使用されている。

【0003】 上記反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を含む硬化性組成物は、建物用弾性シーラントや輸送機器等の接合部のシーリング材としてすき間(目地)の封止に用いられた場合、目地へ注入する時は液状で注入され、注入後硬化してゴム状の硬化物となる。この硬化物には種々の特性が要求されるが、構造体の相互伸縮等によって、硬化体が圧縮された状態に保たれた後圧縮を解除された時、元の状態に復元する特性 \*

## 一般式(1)



【0008】 [式中、 $R^1$ 及び $R^2$ は、いずれも炭素数1~20のアルキル基、炭素数6~20のアリール基、炭素数7~20のアラルキル基または( $R^3$ )、Si-O-で示されるトリオルガノシロキシ基を示し、 $R^1$ または $R^2$ が2個以上存在する時、それらは同一であってもよく、異なってもよい。ここで $R^3$ は炭素数1~20

\* (復元性) がよいことが特に要求される特性である。上記硬化性組成物の硬化物の復元性を改良するために、特開昭55-9669号明細書には硬化触媒としてII価の錫有機カルボン酸塩及び/又はII価の鉛有機カルボン酸塩、及び必要に応じて酸性物質又は塩基性物質を併用する方法が記述されているがさらに改良が望まれている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、良好な粘弾性的強度を有し、接着性にも優れた硬化物を生成する反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体を含む2成分型硬化性組成物において、特に優れた復元性を有する硬化物を生成する硬化性組成物を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記課題は、(A) 反応性ケイ素基含有ポリオキシアルキレン重合体であって ( $M_n/M_w$ ) が1.5以下で数平均分子量10,000以上である重合体100重量部、(B) 平均粒径1  $\mu$ m以上の炭酸カルシウム及び(C) 平均粒径0.2  $\mu$ m以下の炭酸カルシウムの合計量100~200重量部、(D) フタル酸エステル系可塑剤40~80重量部、(E) II価の錫系硬化触媒0.5~7重量部及び(F) エポキシ基含有化合物2~40重量部を含有し、上記(B)成分と(C)成分の合計量中(B)成分が10~70重量%、(A)成分が全組成物中15~35重量%を占めることを特徴とする硬化性組成物を提供することによって達成される。

【0006】 上記硬化性組成物が作業性、保存性、及び硬化物が強度、伸びなどのその他の必要特性において満足するものであることはいうまでもない。本発明という反応性ケイ素基は特に限定されるものではないが、代表的なものを示すと、例えば、下記一般式(1)で表される基が挙げられる。

## 【0007】

## 【化1】

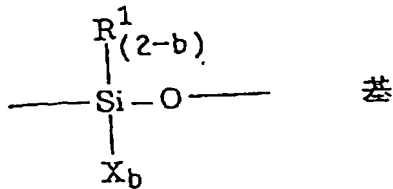
の1価の炭化水素基であり、3個の $R^3$ は同一であってもよく、異なってもよい。Xは水酸基または加水分解性基を示し、Xが2個以上存在するとき、それらは同一であってもよく、異なってもよい。aは0、1、2または3を、bは0、1、または2をそれぞれ示す。また、m個の下記【化2】基におけるbは異なっていて

3

もよい。mは0~19の整数を示す。但し、 $a + \Sigma b \geq 1$ を満足するものとする。]

【0009】

【化2】



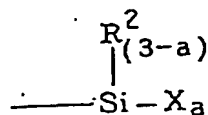
【0010】上記Xで示される加水分解性基は特に限定されず、従来公知の加水分解性基であればよい。具体的には、例えば、水素原子、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、酸アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基、アルケニルオキシ基等が挙げられる。これらの内では、水素原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ケトキシメート基、アミノ基、アミド基、アミノオキシ基、メルカプト基及びアルケニルオキシ基が好ましいが、加水分解性が穏やかで取扱いやすいという観点からメトキシ基等のアルコキシ基が特に好ましい。

【0011】この加水分解性基や水酸基は1個のケイ素原子に1~3個結合することができ、 $(a + \Sigma b)$ は1~5であるのが好ましい。加水分解性基や水酸基が反応性ケイ素中に2個以上存在する場合には、それらは同一であってもよく、異なっているもよい。反応性ケイ素中に、ケイ素原子は1個あってもよく、2個以上あってもよいが、シロキサン結合等によりケイ素原子の連結された反応性ケイ素基の場合には、20個程度あってもよい。なお、下記一般式(2)で表される反応性ケイ素基が、入手容易の点からは好ましい。

【0012】

【化3】

一般式(2)



【0013】【式中、 $R^2$ 、 $X$ 、 $a$ は前記と同じ。】また、上記一般式(1)における $R^1$ 及び $R^2$ の具体例としては、例えば、メチル基、エチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基などのアリール基、ベンジル基などのアラルキル基、 $R^3$ がメチル基やフェニル基などである( $R^3$ )、 $\text{Si-O-}$ で示されるトリオルガノシロキシ基などが挙げられる。 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ としてはメチル基が特に好ましい。反応性ケイ素基はオキシアルキレン重合体1分子中に少なくとも1個、好ましくは1.1~5個存在するのがよい。重合体1分子中に含まれる反応性ケイ素基の数

4

が1個未満になると、硬化性が不十分になり、良好なゴム弾性挙動を発現しにくくなる。

【0014】反応性ケイ素基はオキシアルキレン重合体分子鎖の末端に存在してもよく、内部に存在してもよい。反応性ケイ素基が分子鎖の末端に存在すると、最終的に形成される硬化物に含まれるオキシアルキレン重合体成分の有効網目鎖量が多くなるため、高強度、高伸びで、低弾性率を示すゴム状硬化物が得られやすくなる。

【0015】本発明の(A)成分における重合主鎖を構成するオキシアルキレン重合体は、

一般式(3)： $-(R-O)-$

(式中、 $R$ は炭素数1~4の2価のアルキレン基)で表されるものが使用できるが、入手の容易さの点からは下記一般式(4)で表される繰り返し単位を有するオキシプロピレン重合体が好ましい。

一般式(4)： $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O}-$

上記オキシプロピレン重合体は、直鎖状であっても分枝状であってもよく、或いは、これらの混合物であってもよい。また、他の単量体等が含まれていてもよいが、上記一般式(4)で表される単量体単位が重合体中に50重量%以上、好ましくは80重量%以上存在することが好ましい。

【0016】本発明の(A)成分である反応性ケイ素含有オキシアルキレン重合体は、官能基を有するオキシアルキレン重合体に反応性ケイ素基を導入することによって得るのが好ましい。高分子量で分子量分布が狭く、官能基を有するオキシアルキレン重合体は、オキシアルキレンの通常の重合法(苛性アルカリを用いるアニオン重合法)やこの重合体を原料とした鎖延長反応方法によって得ることは極めて困難であるが、通常のアニオン重合よりは特殊な重合法である特開昭61-197631号公報、特開昭61-215622号公報、特開昭61-215623号公報、特開昭61-218632号公報、特公昭46-27250号公報及び特公昭59-15336号公報に記載された方法により得ることができる。なお、反応性ケイ素含有オキシアルキレン重合体の分子量分布は、対応する反応性ケイ素基を導入前の重合体の分子量分布に依存するため、導入前の重合体の分子量分布はできるだけ狭いことが好ましい。

【0017】反応性ケイ素基を導入は公知の方法で行えばよい。すなわち、例えば以下の方法が挙げられる。

(1)末端に水酸基等の官能基を有するオキシアルキレン重合体と、この官能基に対して反応性を示す活性基及び不飽和基を有する有機化合物を反応させるか、若しくは不飽和基含有エポキシ化合物との共重合により、不飽和基含有オキシアルキレン重合体を得る。次いで、得られた反応生成物に反応性ケイ素基を有するヒドロシランを作用させてヒドロシリル化する。

(2)(1)法と同様にして得られた不飽和基含有オキシアルキレン重合体にメルカプト基及び反応性ケイ素基

を有する化合物を反応させる。

(3) 末端に水酸基、エポキシ基やイソシアネート基等の官能基（以下、Y<sup>1</sup>官能基という）を有するオキシアルキレン重合体に、このY<sup>1</sup>官能基に対して反応性を示す官能基（以下、Y<sup>2</sup>官能基という）及び反応性ケイ素基を有する化合物を反応させる。

【0018】このY<sup>2</sup>官能基を有するケイ素化合物としては、 $\gamma$ -（2-アミノエチル）アミノプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -（2-アミノエチル）アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 $\gamma$ -アミノプロピルトリエトキシシランなどのようなアミノ基含有シラン類； $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシランなどのようなメルカプト基含有シラン類； $\gamma$ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 $\beta$ -（3，4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシランなどのようなエポキシシラン類；ビニルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -メタクリロイルオキシプロピルトリメトキシシラン、 $\gamma$ -アクリロイルオキシプロピルメチルジメトキシシランなどのようなビニル型不飽和基含有シラン基； $\gamma$ -クロロプロピルトリメトキシシランなどのような塩素原子含有シラン類； $\gamma$ -イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、 $\gamma$ -イソシアネートプロピルメチルジメトキシシランなどのようなイソシアネート含有シラン類；メチルジメトキシシラン、トリメトキシシラン、メチルジエトキシシランなどのようなヒドロシラン類などが具体的に例示されるが、これらに限定されるものではない。以上の方法の中で、(1)の方法、または(3)のうち末端に水酸基を有する重合体とイソシアネート基及び反応性ケイ素基を有する化合物を反応させる方法、が好ましい。

【0019】本発明の(A)成分である重合体は、数平均分子量(M<sub>n</sub>)が10,000以上でかつM<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>が(重量平均分子量と数平均分子量との比)が1.5以下であるが、M<sub>n</sub>は10,000~30,000が好ましく、M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>は1.5以下が好ましい。分子量分布は各種の方法で測定可能であるが、通常ゲル浸透クロマトグラフィ(GPC)法での測定が一般的である。平均分子量もGPC法での測定が便利であり、本発明においてはこの方法で測定している。本組成物は反応性ケイ素含有ポリオキシアルキレン重合体を15~35重量%含有していることが必須であり、15重量%以下では十分な耐久性が得られず、35重量%以上では組成物の作業性のコントロールが難しく、また経済性も損なわれるため好ましくない。

【0020】本発明には上記(B)成分として、粒径1 $\mu$ m以上の炭酸カルシウムを用いる。このような炭酸カルシウムを用いることによって、硬化体の還元性が改善される。(B)成分炭酸カルシウムの平均粒径としては1~5 $\mu$ mが好ましく、また脂肪酸等によって表面処理されていてよい。(B)成分炭酸カルシウムとなる炭

酸カルシウムとしては重質炭酸カルシウムが例示でき、サンライト<sup>®</sup>100、<sup>®</sup>300（以上竹原化学工業）、NS<sup>®</sup>100、<sup>®</sup>200、<sup>®</sup>400、<sup>®</sup>600、<sup>®</sup>1000、NN<sup>®</sup>500、SS80（以上日東粉化工業）、EC-1、5、MCコートP-13、S-13、スノーライトSS、SSS、Mホワイト、スーパー<sup>®</sup>1500、<sup>®</sup>1700、<sup>®</sup>2000、<sup>®</sup>2300（以上丸尾カルシウム）、ホワイトンSB、P-10、20、30、40、50、（以上白石カルシウム）として市販されている。

【0021】本発明には上記(C)成分として平均粒径0.2 $\mu$ m以下の炭酸カルシウムを用いる。このような炭酸カルシウムを用いることにより作業時にタレ等のない硬化性組成物を得ることができる。平均粒径としては0.01~0.15 $\mu$ mが好ましい。また、脂肪酸、樹脂酸、リグニン等の有機酸、特に脂肪酸によって表面処理された炭酸カルシウムが好ましい。(C)成分となる炭酸カルシウムとしては、白艶華O、カルモス、白艶華CC、白艶華CCR、VIGOT-15等の商品名で市販されているものが例示される。

【0022】炭酸カルシウムは(B)成分と(C)成分の合計として100~200重量部の範囲で使用する。100重量部未満では組成物の粘性のコントロールが困難であり、経済的にも不利となる。200重量部以上では、組成物の粘度が上がり作業性が低下すると共に耐久性も低下するので好ましくない。(B)成分と(C)成分の合計中(B)成分としては10~70重量%、好ましくは20~60重量%存在することが必要である。10重量%以下では硬化体の還元性が十分でなく、70重量%以上では作業時にタレ等が発生する組成物となる。

【0023】フタル酸エステル系可塑剤は、40~80重量部で使用する必要がある。40重量部以下では組成物の粘度が高くなりすぎ押し出し性などの作業性に支障をきたす。80重量部以上の使用は可塑剤のブリードによる経時的な物性変化が大きく、また表面に塗料を塗布した場合に、塗料の変質を生じたりするため好ましくない。

【0024】フタル酸エステル系可塑剤としてはDOP、DBP、BBP等が例示できるが、DOPが特に好ましい。フタル酸エステル系可塑剤と共に使用できる可塑剤としてアジピン酸ジオクチル、コハク酸イソデシル、セバシン酸ジブチルなどの如き脂肪族二塩基酸エステル類；ジエチレングリコールジベンゾエート、ペンタエリスリトールエステルなどの如きグリコールエステル類；オレイン酸ブチル、アセチルリシノール酸メチルなどの如き脂肪族エステル類；リン酸トリクレジル、リン酸トリオクチル、リン酸オクチルジフェニルなどの如きリン酸エステル類；エポキシ化大豆油、エポキシ化アマニ油、エポキシステアリン酸ベンジルなどの如きエポキシ可塑剤類；2塩基酸と2価アルコールとのポリエステ

ル類などのポリエステル系可塑剤；ポリプロピレングリコールやその誘導体などのポリエーテル類；ポリ- $\alpha$ -メチルスチレン、ポリスチレンなどのポリスチレン類；ポリブタジエン、ブタジエン-アクリロニトリル共重合体、ポリクロロブレン、ポリイソブレン、ポリブテン、塩素化パラフィン類などの可塑剤が例示できる。

【0025】II価の錫系硬化触媒は、硬化速度と耐久性の両特性に影響する重要な配合剤であり、オクチル酸錫、ラウリン酸錫、フェルザチック酸錫等が例示できるが特にオクチル酸錫が好ましい。オクチル酸錫が0.5重量部未満では硬化速度が遅過ぎ作業性の問題が生じる。7重量部より多い使用は、耐久性、特に繰り返し疲労特性、復元性に悪影響を与えるため好ましくない。

【0026】II価の錫系硬化触媒単独で硬化速度が不十分の場合は助触媒としてアミン化合物を使用することができる。アミン化合物としてはジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ブチルアミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ラウリルアミン、ヘキサメチレンジアミン、トリエタノールアミン、ジブチルアミン、ジエタノールアミン、N, N, N', N'-テトラメチル-1, 3-ブタンジアミン、ベンジルアミン、シクロヘキシルアミン、ドデカメチレンジアミン、ジメチルエチレンジアミン、ジメチルアミノエタノール、N, N, N', N'-テトラメチルエチレンジアミン、トリエチルアミン、N, N-ジメチルアニリン、ジメチルベンジルアニリンなどが例示できるがその活性等から1級アミンが好ましく、取扱性等からラウリルアミンが特に好ましい。

【0027】本発明の組成物においては復元性を高めるために、(F)成分として1分子中にエポキシ基を含有する化合物を使用する。同化合物は具体的にはエポキシ化不飽和油脂類、エポキシ化不飽和脂肪酸エステル類、脂環族エポキシ化合物類、エピクロロヒドリン誘導体に示す化合物及びそれらの混合物等が例示できる。具体的には、エポキシ化大豆油、エポキシ化あまに油、ジー(2-エチルヘキシル)4, 5-エポキシシクロヘキサン-1, 2-ジカーボキシレート(E-PS)、エポキシオクチルステアレート、エポキシブチルステアレート等があげられる。これらのなかではE-PSが特に好ましい。

【0028】本発明の組成物には、炭酸カルシウム以外の充填剤を添加してもよい。このような充填剤としては、フュームシリカ、沈降性シリカ、無水ケイ酸、含水ケイ酸、カーボンブラック、炭酸マグネシウム、ケイソウ土、焼成クレイ、クレイ、タルク、酸化チタン、ベントナイト、有機ベントナイト、酸化第2鉄、酸化亜鉛、活性亜鉛華、シラスパルーン、石綿、ガラス繊維が例示される。

【0029】組成物にチキソトロピック性を付与するために、各種揺変剤を添加することができる。揺変剤とし

ては、水添ひまし油、アマイドワックス、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、微粉末シリカ、有機ベントナイトが例示できるが特に水添ひまし油が好ましい。水添ひまし油の場合は0.5~7重量部の範囲で使用する事が好ましい。耐久性、特に表面耐候性を高めるために、紫外線吸収剤を使用することもできる。紫外線吸収剤としてはベンゾフェノン系、ベンゾトリアゾール系、サリチレート系、置換トリル系及び金属キレート系化合物等が例示できるが、特にベンゾトリアゾール系が好ましい。

【0030】同様の目的で、酸化防止剤を使用することも有効である。酸化防止剤としてはヒンダードフェノール系、モノフェノール系、ビスフェノール系、ポリフェノール系が例示できるが、特にヒンダードフェノール系が好ましい。同様に、チヌビン622LD、チヌビン144；CHIMASSORB944LD、CHIMASSORB119FL(以上いずれも日本チバガイギー株式会社製)；MARK LA-57, MARK LA-62, MARK LA-67, MARK LA-63, MARK LA-68(以上いずれもアデカアークス化学株式会社製)；サノールLS-770, サノールLS-765, サノールLS-292, サノールLS-2626, サノールLS-1114, サノールLS-744(以上いずれも三共株式会社製)に示されたヒンダードアミン系光安定剤を使用することもできる。

【0031】1分子中に少なくとも2個以上のアクリルまたはメタクリル官能基を含有する化合物を添加することも表面耐候性を高めるために有効である。具体的には下記に示す化合物、例えば特殊アクリレート(2官能)のアロニックスM-210, アロニックスM-215, アロニックスM-220, アロニックスM-233, アロニックスM-240, アロニックスM-245；(3官能)のアロニックスM-305, アロニックスM-309, アロニックスM-310, アロニックスM-315, アロニックスM-320, アロニックスM-325, 及び(多官能)のアロニックスM-400などが例示できるが、特にアクリル官能基を含有する化合物が好ましく、また1分子中に平均して3個以上の同官能基を含有する化合物が好ましい。

(以上アロニックスはいずれも東亜合成化学工業株式会社の製品である。)

【0032】同化合物は0.5~10重量部の範囲で使用するのがよく、0.5重量部以下では耐候性を高める効果はなく、10重量部以上では硬化物が硬くなりすぎて、ヒビ割れを生じるため好ましくない。以下に本発明の一層の理解のために実施例を示すが、本発明はこれら実施例によって制限されることはない。

#### 【0033】

##### 【実施例】

(実施例1~3)(比較例1及び2)

全末端の85%に $(CH_3O)_2Si(CH_3)CH_2CH_2CH_2$ -基を含有し、ゲル浸透クロマトグラフィーで測定された数平均分子量が10,000、分子量分布( $M_w/M_n$ )が1.3(高速GPC:東ソー製GPC

C (HLC8020) によりカラムとしてTSKゲルG3000HとG4000Hを直列に接続したもの、溶媒としてTHF、測定温度として40.0℃、測定時溶媒流量として1.0ml/min、試料溶液として0.05gの試料を10ccのTHFに溶解したものを使用して測定)のポリオキシプロピレン重合体(重合体A)を\*

\*用いて表1に示した配合剤と混合して硬化性組成物を製造し、この組成および硬化物の特性を評価した。結果を表1に示す。

【0034】

【表1】

表 1

No.		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2
配合剤						
重合体A		100	100	100	100	100
脂肪酸処理膠質炭酸カルシウム(粒径 0.08 $\mu$ )		60	90	50	0	150
重質炭酸カルシウム(粒径 2 $\mu$ )		60	60	40	150	0
酸化チタン		20	20	20	20	20
ジオクチルフタレート		30	40	30	40	40
(E-PS)		20	20	10	20	20
オクチル酸錫		3	3	3	3	3
ラウリルアミン		1	1	1	1	1
水添ひまし油		5	5	5	5	5
トリメチロールプロパン トリアクリレート		5	5	5	5	5
紫外線吸収剤 TINUVIN ® 327		1	1	1	1	1
スチレン化フェノール		1	1	1	1	1
特性	作業性*①	○～◎	◎	◎	×	◎
	復元性*②	◎	◎	◎	◎	○
	サンシャインWOM*③ (クラック発生までの照射時間)	2000H	2000H	2000H	2000H	2000H

【0035】表中の特性の評価方法は以下の通りである。(表2、表3も同じ)

\*①作業性：カートリッジからの押出し性とヘラ切れ性を測定。

\*②復元性：硬化物を90℃30%7日間圧縮し、圧解除後の復元性を測定。

\*③サンシャインWOM：サンシャインWOMで硬化物試料シートの表面を照射しクラックが発生するまでの照射時間を測定。

【0036】(実施例4～6) (比較例3)

※全末端の85%に(CH<sub>3</sub>O)<sub>2</sub>Si(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>—基を含有し、ゲル浸透クロマトグラフィーで測定(測定条件は上記に同じ)された数平均分子量が17,000、分子量分布(M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub>)=1.3のポリオキシプロピレン重合体(重合体B)を用いて硬化性組成物を製造し、その特性を評価した。結果を表2に示す。

【0037】

【表2】

※50

表 2

配合剤		No.	実施例4	実施例5	実施例6	比較例3
重合体B			100	100	100	100
脂肪酸処理膠質炭酸カルシウム(粒径 $0.08\mu$ )			100	100	100	100
重質炭酸カルシウム(粒径 $2\mu$ )			40	40	50	40
酸化チタン			20	20	20	20
ジオクチルフタレート			30	20	40	30
(E-PS)			20	30	20	20
オクチル酸錫			2	5	3	DTL*/3
ラウリルアミン			0.5	0.5	0.5	0.5
水添ひまし油			5	5	5	5
トリメチロールプロパン トリアクリレート			5	5	5	5
紫外線吸収剤 TINUVIN ® 327			1	1	1	1
スチレン化フェノール			1	1	1	1
特 性	作業性		◎	◎	◎	◎
	復元性		◎	◎	◎	×
	サンシャインWOM (クラック発生までの照射時間)		2000H	2000H	2000H	2000H

\* ジブチル錫ジラウレート を3部添加することの意

【0038】(実施例7~9)(比較例4及び5)

全末端の90%に  $(CH_3O)_2Si(CH_3)CH_2CH_2CH_2NHC(O)O-$  基を含有し、ゲル浸透クロマトグラフィーで測定された数平均分子量が20,000、分子量分布  $(M_w/M_n) = 1.4$  のポリオキシ \*

\* プロピレン重合体(重合体C)を用いて硬化性組成物を製造し、その特性を評価した。結果を表3に示す。

【0039】

【表3】



表 3

配合剤 No.		実施例7	実施例8	実施例9	比較例4	比較例5
重合体 C		100	100	100	100	100
高級脂肪酸処理膠質炭酸 カルシウム (平均粒径 0.08 $\mu$ )		90	120	140	90	200
重質炭酸カルシウム (平均粒径 2 $\mu$ )		30	30	40	30	40
酸化チタン		20	20	20	20	20
ジオクチルフタレート		30	30	40	60	50
(E-PS)		30	40	40	0	50
オクチル酸錫		3	3	3	3	3
ラウリルアミン		0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水添ひまし油		5	5	5	5	5
トリメチロールプロパン トリアクリレート		5	5	5	5	5
紫外線吸収剤 TINUVIN ® 327		1	1	1	1	1
スチレン化フェノール		1	1	1	1	1
特 性	作業性	◎	◎	◎	◎	×
	復元性	◎	◎	◎	○	◎
	サンシャインWOM (クラック発生までの照射時間)	2000H	2000H	2000H	1800H	1800H

【0040】

\*れ、かつ良好な耐久性と作業性を兼備したシーリング材  
もしくは接着剤として使用することができる。

【発明の効果】本発明により得られる硬化性組成物は、  
建築用、自動車用をはじめ各種用途に、特に復元性に優\*

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>

C 0 8 K 5/57

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

7242-4 J